

⑫ 公開特許公報 (A) 昭61-7286

⑯ Int. Cl. 4

C 07 H 1/08
A 61 K 35/78

識別記号

府内整理番号

7252-4C
7138-4C

⑪ 公開 昭和61年(1986)1月13日

審査請求 有 発明の数 1 (全3頁)

⑬ 発明の名称 単離サポニン製造方法

⑫ 特 願 昭59-128829

⑬ 出 願 昭59(1984)6月22日

特許法第30条第1項適用 昭和59年3月10日 社団法人日本農芸化学会発行の「日本農芸化学会昭和59年度大会講演要旨集」により発表

⑭ 発明者 太田 徹	町田市中町3-14-4
⑭ 発明者 長谷川 忠男	東京都中野区中央3-18-12
⑭ 発明者 鈴木 隆雄	大和市中央3-11-24
⑮ 出願人 岸本産業株式会社	大阪市東区伏見町4-34
⑯ 代理人 弁理士 板橋 清吉	外1名

明細書

1 発明の名称

単離サポニン製造方法

2 特許請求の範囲

(1) 加工、半加工或は廃棄物等の大豆物質の粉末にメタノールを加えて数時間加熱還流した溶液を遠心分離して抽出液を採取し、該抽出液をローブタノールと水で分配した後、ローブタノール層を採取し、採取した抽出液をカラムクロマトグラフィーに吸着させた後、有機溶剤にてサポニン以外の不純物をのぞいた溶剤を減圧濃縮して5種の混合大豆サポニンを採取し、該5種の混合大豆サポニンを高速液体クロマトグラフィーで5種類の大豆サポニンを保持時間の違いによって単離することを特徴とする単離サポニン製造方法。

3 発明の詳細な説明

大豆サポニンの用途は界面活性剤などの性質を有しているため化粧品等にまた食品あるいは医薬品などに広く利用されている。

本発明は脱脂大豆種子をはじめとして加工大豆製品および加工工程より生ずる産業廃棄物から5種の混合大豆サポニンを分離し単離する単離サポニン製造方法に関する発明である。

本発明は脱脂大豆種子をはじめとするすべてのその他の加工大豆製品および大豆サポニンを含むと思われる大豆製品製造工程より生ずる大豆粕等の廃棄物を原料として工業的に有利に混合大豆サポニンを精製分離した後、更に5種類の大豆サポニンを個々に分離することを目的とした大豆サポニンの単離サポニン製造方法に関する発明である。

本願は、加工、半加工或は廃棄物等の大豆物質の粉末にメタノールを加えて数時間加熱還流した溶液を遠心分離して抽出液を採取し、該抽出液をローブタノールと水で分配した後ローブタノール層を採取し、採取した抽出液をカラムクロマトグラフィーに吸着させた後、有機溶剤にてサポニン以外の不純物をのぞいた溶剤を減圧濃縮して混合大豆サポニンを採取し、該5種

類の混合大豆サボニンを高液体クロマトグラフィーで5種類の大さ豆サボニンを保持時間の違いによって単離するようにしたのである。

即ち、脱脂大豆種子、大豆加工品、大豆物質廃棄物には多量の脂質が含まれているため予め有機溶媒で脂質を除去しておくと高純度の混合大豆サボニンを得ることができる。

脂質除去としての有機溶剤にはアセトン、クロロホルム、酢酸エチル、インプロピルアルコール、エチルエーテル、ベンゼン、ヘキサン、又はこれらの混合溶剤を用いることができる。

抽出は水又は低級アルコール或は水及び低級アルコールで抽出する。抽出溶媒には例えばメタノール、エタノール、水性エタノールで抽出すると効率よく混合大豆サボニンを得ることができる。

次いで得られた抽出液は遠心分離または濾過を行ない減圧下で濃縮する。

前記の濃縮物に分配抽出法を用いることにより混合大豆サボニンを分離できる。

(3)

アセトンなどのケント類、エチルエーテルなどのエーテル類、酢酸エチルなどのエステル類、クロロホルムなどのハロゲン化炭化水素類、石油エーテルなどの炭化水素類の単独有機溶剤あるいはこれから選ばれる2種以上の有機溶剤を用いることにより5種類の混合大豆サボニン分離を得ることができる。

本願はこの5種類の混合大豆サボニン分離により5種の大さ豆サボニンを個々に単離する単離サボニン製造方法の発明である。

混合大豆サボニンを単離するには高速液体クロマトグラフィーを用いて分取する。溶媒には可溶の有機溶剤または混合溶剤が用いられる。例えばクロロホルム、メタノール及び水の混合溶剤、酢酸エチル、メタノールの混合溶剤あるいはアセトニトリルと水の混合溶剤、メタノール単独、メタノールと水を用いた大豆サボニンを吸着もしくは分配可能の充填剤、例えば化学結合型シリカゲルなどを用いることにより単離することができる。

(5)

この分配抽出法に用いられる有機溶剤は例えばメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ローブタノールなどのアルコール類、アセトンなどのケトン類、クロロホルムなどのハロゲン化炭化水素類、石油エーテルなどの炭化水素類から選ばれる2種以上の互いに混じり合わない溶剤系であって水も用いられる。

最も好ましい溶剤系は水とローブタノールである。

大豆サボニンを精製する他の方法にはカラムクロマトグラフィーを用いる方法がある。

粗体には例えばカラムクロマトグラフィー用シリカゲルC-100などが用いられる。大豆サボニンをシリカゲルに吸着させ溶出溶媒を順次変えて溶出させると大豆サボニン以外の脂質等を除去でき、選択的に混合大豆サボニンのみを得ることができる。

この溶出溶媒に用いられる有機溶剤には例えばメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ローブタノールなどのアルコール類、

(4)

こうして単離された大豆サボニンはそのまま製品として扱うことができるが、水性メタノールあるいは水性エタノールにより再結晶することにより高純度の単独の大さ豆サボニンを得ることができる。

従って本発明は脱脂大豆種子、大豆加工品、大豆加工工程に副生する廃棄物などから単独の大さ豆サボニンを高純度で得ることができる点で工業的価値のきわめて大きいものである。

今、前記単離方法の実施例を述べる。

実施例 (1)

- ① 脱脂大豆種子、加工大豆製品、大豆粕および加工廃棄物を凍結乾燥した後粉碎して粉末にした。
- ② 前記粉末500gを5L容量の三角フラスコに入れメタノール2.5Lを加え6時間加熱還流する。
- ③ 次いで遠心分離を行ないメタノール抽出液を採取し、残渣について同様のメタノール抽出を合計で3回行なった。

(6)

④ これらのメタノール抽出液を合わせ減圧下で溶剤を留去するとメタノール抽出エキス82gが得られた。

⑤ メタノール抽出エキス82gをn-ブタノール500mlと水500mlで分配し、n-ブタノール層を採取する。

⑥ さらに前記の水層にn-ブタノールを500ml加え分配をし、n-ブタノール層を採取し合計5回行なう。

⑦ これらのブタノール抽出液を合わせ再び減圧下で溶剤を留去すると25gのエキスが得られた。

⑧ エキス25gをメタノール100mlに溶解しカラムクロストグラフィー(担体:シリカゲル直徑20cm、高さ50cm)に重層し、ベンゼン5l、次いでクロロホルム5l、クロロホルム/メタノール(4:1)10l、そしてクロロホルム/メタノール(1:1)を10l順次溶出させる。このクロロホルム/メタノール(1:1)を減圧濃縮すると5

(7)

種の混合大豆サポニン分画1.25g得られた。

⑨ この5種の混合大豆サポニン分画1.25gを再びメタノールに溶解させた後、該溶解溶液をアセトニトリル:水=35:65の溶出溶媒に注入混合させ、この混合溶液をマイクロポンダバックGを100g充填材として充填させた逆相シリカゲルカラムクロマトグラフィー(担体)にて高速精製すると水に比較的溶け難い大豆サポニン単体A:0.146gが保持時間1分40秒にて分離され、以後水に比較的溶け難い順で2分後に大豆サポニン単体B:0.591g、2分30秒後に大豆サポニン単体C:0.379g、4分後に大豆サポニン単体D:0.026g及び9分15秒後に大豆サポニン単体E:0.108gを分離回収することができた。

本願は以上のように加工、半加工或は廃棄物等の大豆物質の粉末にメタノールを加えて数時間加熱還流した溶液を遠心分離して抽出液を採取し、該抽出液をn-ブタノールと水で分配し

(8)

た後、n-ブタノール層を採取し、採取した抽出液をカラムクロマトグラフィーに吸着させた後、有機溶剤にてサポニン以外の不純物をのぞいた溶剤を減圧濃縮して5種の混合大豆サポニンを採取し、該5種の混合大豆サポニンを高速液体クロマトグラフィーで5種類の大さサポニンを保持時間の違いによって単離することを特徴とするので良く所期の目的を達することができるものである。

特許出願人 岸本産業株式会社

代理人 板橋清吉
外1名



(9)